

Кафедра харчової
біотехнології і хімії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторної роботи
«Хімічний фарфоровий посуд. Допоміжні пристрої та
матеріали. Очищення хімічного посуду»
з курсу «Загальна та неорганічна хімія»
для студентів всіх форм навчання

Галузь знань: 18 Виробництво та технології

Спеціальність ступеня «Бакалавр»: 181 Харчові технології

Тернопіль 2016

Методичні вказівки до виконання практичної роботи «Хімічний фарфоровий посуд. Допоміжні пристрої та матеріали. Очищення хімічного посуду» з курсу «Загальна та неорганічна хімія» для студентів I курсу всіх форм навчання спеціальності ступеня «Бакалавр» 181 «Харчові технології» - Тернопіль: ТНТУ, 2016 -с.16

Укладачі:	ст. викл. Джур Я.Б. ас. Лісовська Т.О.
Рецензент:	д.б.н., проф. Покотило О.С.
Відповідальний за випуск	ст. викладач Джур Я.Б.

Методичні вказівки розглянуті і затверджені на засіданні кафедри харчової біотехнології та хімії

Протокол №7 від 13.06.2016р.

Схвалені засіданням методичної ради факультету машинобудування і харчових технологій ТНТУ ім. І.Пулюя.

Протокол №2 від 15.06.2016р.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №3

Тема: Хімічний фарфоровий посуд. Допоміжні пристрої та матеріали. Очистка хімічного посуду

Мета: Ознайомитися з основними видами хімічного фарфорового посуду, з допоміжними пристроями та матеріалами, правилами користування та областями їх використання. Вивчити правила приготування миючих розчинів, оволодіти навиками очищення хімічного посуду

I. Хімічний фарфоровий посуд

Фарфоровий лабораторний посуд – це стакани, випарні чашки, тиглі та кришки до них, тиглі Гуча, тиглі Розе, ступки, пестики, шпателі, ложки, вставки до ексикаторів та ін. Фарфоровий посуд переважно використовують для проведення хіміко – аналітичних робіт і допоміжних операцій в препаративних лабораторіях.

Основна перевага фарфору в порівнянні із склом – термостійкість і механічна міцність. Тонкостінний фарфоровий посуд витримує різкі перепади температур і тому може бути використаний для прожарювання речовин на газовому пальнику. Недоліком виробів з фарфору є те, що вони важкі, непрозорі і значно дорожчі від скляних.

Фарфорові **стакани** випускають (рис.1) з носиком тих же розмірів і місткості, як і скляні.

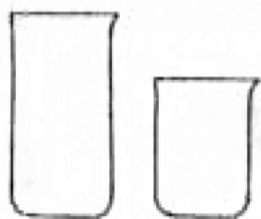


Рис.1. Фарфорові стакани

Кружки випускають з носиком і ручкою місткістю, яка вказана в таблиці 1.

Таблиця 1. Характеристика кружок.

Номер	1	2	3	4	5
Місткість, мл	250	500	1000	2000	4000
Діаметр, мм	65	85	105	120	135

Діаметр, мм	20	25	35	45	55	-
Висота, мм	25	32	43	55	70	-

В тиглях проводять прожарювання різного роду речовин, спалюють органічні сполуки при визначенні зольності. В більшості випадків нагрівання тиглів проводять прямо на пальнику без використання азбестових сіток або бань. Для нагрівання тигля його потрібно ставити у фарфоровий трикутник (рис.5). Цей трикутник виготовляють з трьох, насаджених на дріт, фарфорових трубок. Трикутник має бути таких розмірів, щоб тигель, вставлений в цей трикутник, виходив назовні не більше ніж на $\frac{1}{3}$ висоти. Підігрів необхідно проводити поступово. Спочатку тигель протягом кількох секунд обігривають, а потім полум'я пальника підводять під тигель так, щоб воно охопило тигель з усіх боків. Полум'я пальника не повинно давати кіптяви. Охолоджують тигель в ексикаторі протягом 15÷20хв.

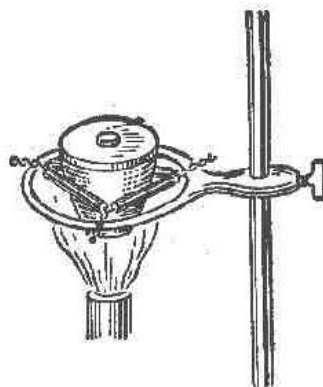


Рис.5. Прожарювання в тиглі

Фарфорові тиглі можна нагрівати до температури не вище 1200°C. Таку температуру можна досягти при прожарюванні в муфельній печі.

Тиглі Гуча (рис.6) - фарфорові із сітчастим дном і фарфоровою пластинкою – призначені для фільтрування під вакуумом хімічно активних речовин через азбестову вкладку.



рис. 6 Тиглі Гуча

Для нагрівання, розплавлення і прожарювання речовин з одночасним вловлюванням газів або підведенням газів використовують **тиглі Розе**.

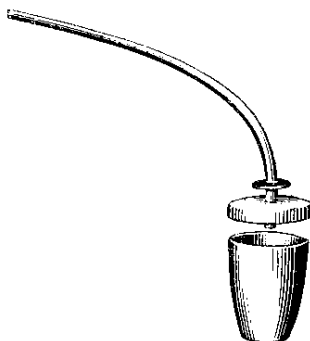


Рис. 7. Тиглі Розе

Кришки до тиглів. Розрізняють кришки двох виконань: випуклі (виконання 1) і ввігнуті (виконання 2) з внутрішнім діаметром 22 (№1), 27 (№2), 38 (№3), 48 (№4), 59 (№5), 79 (№6), 40мм (№7).

Лійка Бюхнера відрізняється від звичайних скляних лійок тим, що вона мають фарфорову перегородку з отворами. Для роботи чисто вимиту лійку на резиновій пробці вставляють в колбу Бунзена для фільтрування (рис.8).

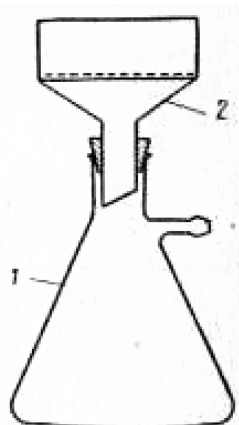


Рис.8. Прилад для фільтрування під вакуумом: 1 – колба Бунзена; 2 – лійка Бюхнера.

На сітчасту перегородку лійки кладуть два кружечки фільтрувального паперу, діаметр яких повинен бути на 1мм менший внутрішнього діаметра лійки. Потім їх необхідно трохи змочити дистильованою водою, або тією рідиною, яку треба буде відфільтрувати. При цьому фільтрувальний папір щільно притискається до сітчастої перегородки, що попереджує попадання твердих речовин у фільтрат.

В лабораторіях для набирання твердих сипучих реактивів, для зняття осадів з фільтрів часто використовують фарфорові **ложки, шпателі**. Ложки різняться довжиною 120 (№1), 150 (№2), 200 (№3), 250мм (№4)

Правила користування хімічним фарфоровим посудом.

- Вироби із фарфору треба розігрівати поступово, підвищуючи температуру. Розігрітий посуд не брати холодними щипцями і не ставити на холодну підставку.
- В фарфоровому тиглі не можна проводити сплавляння з лужними речовинами, наприклад з карбонатом натрію, а також працювати з фторводневою кислотою, тому що фарфор при цьому руйнується.
- При використанні нових фарфорових тиглів необхідно попередньо їх промити і прожарити.
- Тиглі, які тільки витягнули із муфельної печі або зняли з пальника, не можна охолоджувати водою і ставити на підставки з дерева, лінолеуму, пластмаси. Біля муфельної печі необхідно поставити цеглу із шамоту або керамічну плитку, на які ставлять розпечені тиглі.

II. Допоміжні пристрої та матеріали

В лабораторіях широко використовуються різні пристрої для збирання установок, для проведення різного роду препаративних робіт.

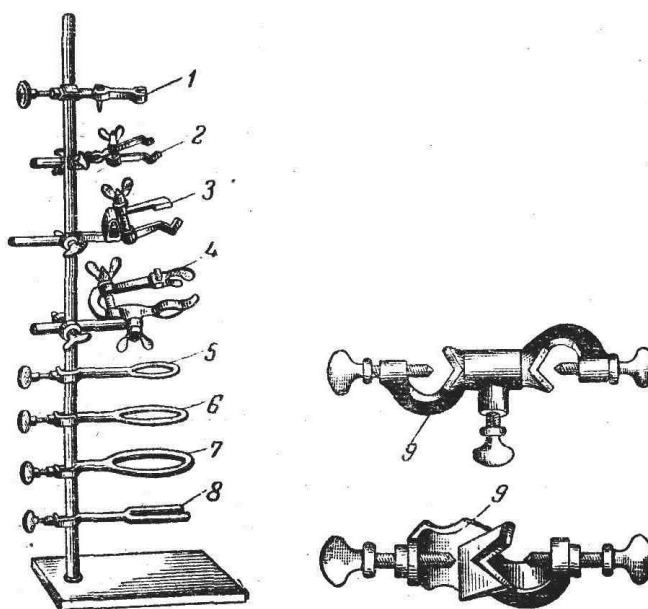


Рис.9. Стальний штатив з набором: 1,2 – лапки малі; 3,4 – лапки великі; 5,6,7 – кільця; 8 – вилка; 9 – муфти для лапок і кілець.

Штатив – стальний стержень, закріплений на важкій чотирикутній стальній підставці. Стержень закріплюють майже біля самого краю підставки, а не посередині. Штативи використовуються

для закріплення на них різних приладів. Штатив (рис.9) має набір тримачів: лапки, кільця, муфти.

Лапки бувають різної форми і величини, використовуються для кріплення бюретонок, холодильників, колб, ділільних лійок і т.п. Внутрішня частина лапки повинна бути вкрита гумою або іншим м'яким матеріалом, щоб при затисканні не роздавити скло.

Кільця використовують для розміщення колб, стаканів та інших приладів на необхідній висоті.

Для пробірок використовують поліетиленові **штативи** на 10, 20, 40 гнізд, алюмінієві - на 12, 24, 48 та 60 гнізд. Для нагрівання пробірок на водяній бані використовують металевий штатив (рис.10).

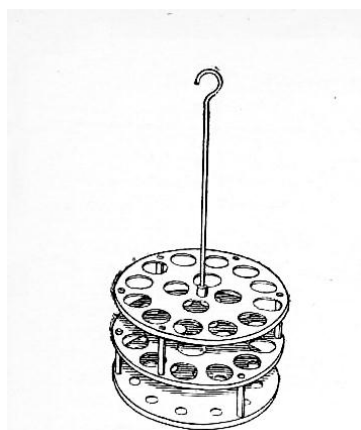


Рис.10. Металевий штатив для нагрівання пробірок

Тримачі для пробірок (рис.11) бувають металічні та дерев'яні, використовуються при нагріванні пробірок.

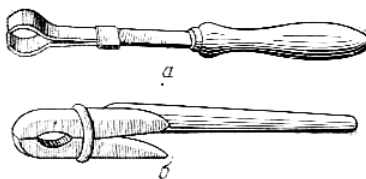


Рис.11. Тримач для пробірок: а) металевий; б) дерев'яний

Тигельні щипці (рис.12) використовуються для тиглів при витягуванні їх з муфельної печі. Тигельні щипці необхідно класти на стіл так, щоб вигнуті кінці були доверху.

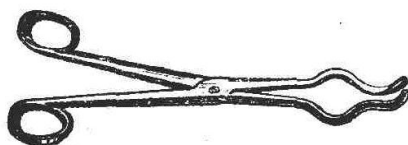


Рис.12. Тигельні щипці

Пінцети (рис.13) використовують для того, щоб брати невеликі предмети. Наприклад, пінцетом необхідно брати гирки для терезів,

металічний натрій, калій (щоб не торкатися металу голими руками) та в інших випадках.

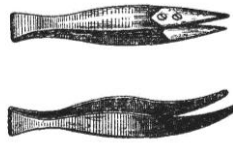


Рис.13. Пінцети

Для герметизації посуду, в лабораторії часто використовують коркові, гумові, поліетиленові, скляні та інші **пробки**.

Коркові пробки виготовляють з кори пробкового дуба. Вони досить розповсюджені. Перед тим, як налити або насипати в посуд якусь речовину, необхідно підібрати відповідну пробку, яка була би трохи меншого діаметру від самого отвору посуду. Часто при монтажі тих чи інших приладів необхідно просвердлити отвір в пробці, щоб пропустити через них скляну трубку, термометр. Для свердління пробок використовують ручні або механічні свердла. При свердлінні пробку беруть в ліву руку, а в правій руці повинно знаходитися свердло. Легко натискаючи на свердло і весь час повертаючи його в пробці, слідкують, щоб свердло було перпендикулярно тій поверхні, яку просвердлюють. Діаметр отвору повинен бути меншим діаметру трубки, яку вставляють. Після того як пробка просвердлена, свердло витягують і вибивають з нього пробку, що знаходиться всередині нього. Одним із недоліків коркових пробок є їх низька кислото- та лугостійкість. Але після обробки таких пробок спеціальними розчинами вони стають більш стійкими.

Гумові пробки значно дорожчі коркових, але їх також широко використовують. Гумові пробки дають повнішу герметизацію, ніж коркові. Нові гумові пробки обсіпані зверху тальком або іншими мінеральними речовинами, тому перед тим як закривати новою пробкою посуд, її необхідно витерти або вимити. Свердлять гумову пробку аналогічно як і коркову, з меншої основи при обов'язковому використанні мастила. В якості мастильних матеріалів, що полегшують свердління, використовують вазелінове масло, гліцерин.

Скляні пробки (рис.14) окремо не продаються, вони є складовими частинами посуду. Їх використовують, коли потрібна повна герметизація і коли речовина, яка знаходиться в посуді може негативно діяти на коркову або резинову пробку. Коли посуд нічим не заповнений, між пробкою і горлом вставляють кусочок паперу, щоб пробку не «заїло». Щоб відкрити пробку, яку «заїло», існує декілька способів. По краю пробки необхідно легко простукати зверху і знизу невеликим дерев'яним молоточком або простою

дерев'яною паличкою. Якщо цей спосіб не підходить, то можна прогріти горло посуду, але щоб не нагрілася сама пробка.

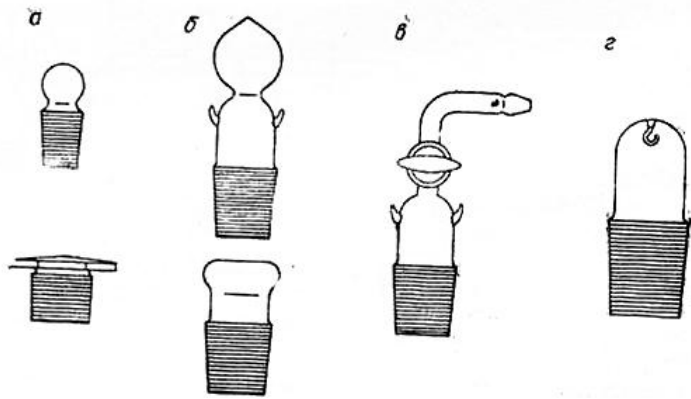


Рис.14. Типи скляних пробок із шліфами: а) масивні; б) пустотілі; в) пустотілі із з'єднувальним краном; г) пустотілі з внутрішнім крючком

Правила користування допоміжними пристроями

- За лабораторними металевими предметами необхідно постійно слідкувати і запобігати їхньому ржавінню. Наприклад, штативи, лапки, муфти необхідно інколи покривати спеціальним негорючим чорним лаком. Тигельні щипці, триноги необхідно очищати від іржі. Чистити можна наждачним папером.
- Необхідно економно відноситися до коркових та гумових пробок.
- Свердла для просвердлювання отворів в коркових і в гумових пробках повинні бути завжди гострими.
- Коли в просвердлену пробку вставляють скляну трубку або термометр, їх треба тримати якомога ближче до того кінця, який знаходиться в пробці.
- Спочатку необхідно підібрати пробку до посуду, а вже потім насипати або налити в нього речовини.
- У кожного посуду повинна бути своя пробка. Пробки від різного посуду не можна перемінювати, особливо це відноситься до скляних пробок.
- Якщо посуд з притертою скляною пробкою пустий, то обов'язково необхідно помістити кусочок паперу між корком і горлом.
- Зберігати луг в посуді з притертими скляними пробками не можна, тому що пробку неодмінно «заїсть».

III. Очищення хімічного посуду. Приготування миючих сумішей. Сушіння хімічного посуду

Чистота посуду – одна з умов правильних результатів досліду. В роботі можна використовувати тільки чистий посуд, оскільки від цього залежить не лише чистота реагуючих речовин, а й точність вимірювання об'ємів розчинів. Є фізичний і хімічний способи миття посуду.

Фізичні методи очищення хімічного посуду

Фізичний спосіб – це миття хімічного посуду водою за допомогою йоржиків, клаптиків паперу тощо. Пробірки, бюретки, циліндри, склянки тощо можна достатньо очистити механічним способом – протирання стінок посуду, заповнення звичайною водою, різними щітками, йоржиками з м'якою щетиною (рис.15) та ін.. Без води посуд протирати не можна, бо від цього стінки забруднюються ще більше. При митті йоржиком необхідно слідкувати, щоб не проткнути стінки та дно посуду. Не можна чистити посуд наждачним папером, дротом, тому що на поверхні скла утворюються подряпини.

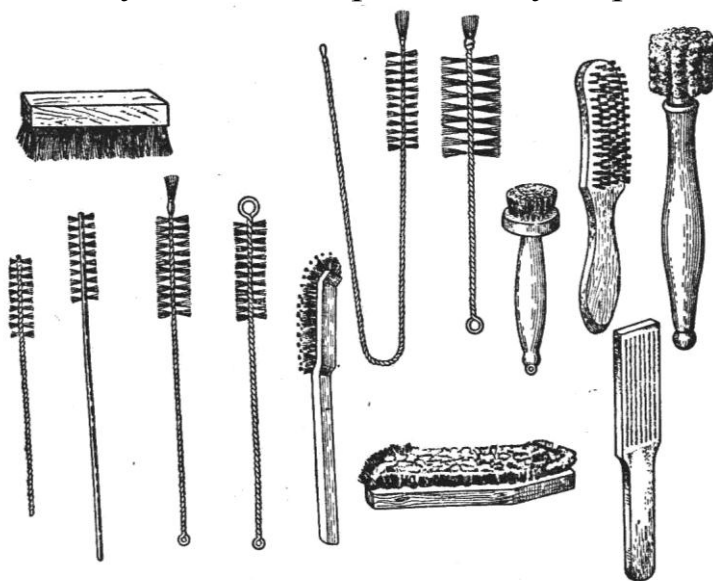


Рис.15. Йоржики та щітки для миття

Миття водою. Холодна вода відмиває лише добре розчинні в ній забруднення. При нагріванні розчинність більшості речовин у воді зростає, тому гарячою водою можна набагато швидше і якісніше відмити посуд.

Миття з використанням миючих засобів. Для видалення забруднень органічного походження, жирових і смолянистих речовин, які не розчиняють у воді використовують розчини господарського мила, пральної пасти, порошку, соди, фосфату натрію. Використані алонжі, насадки, колби малої місткості в кінці

роботи рекомендується покласти в каструлю з нагрітим мильним розчином і прокип'ятити, після чого витягнути і ретельно сполоснути гарячою водою, далі, вимитий посуд споліскують два - три рази дистильованою водою. Миючий розчин може бути використаний багаторазово. Добрим миючим засобом є розчин 75 – 100г Na_2CO_3 в 1л води.

Миття органічними розчинниками. Для очистки посуду від нерозчинних у воді органічних речовин найчастіше використовують ізопропіловий спирт, ацетон, хлороформ та ін. Не потрібно використовувати дорогі та дефіцитні розчинники. Посуд декілька разів ополіскують мінімальними порціями розчинника, зливаючи кожен раз в спеціально відведену банку для зливів. Посуд, промитий органічним розчинником, миють водою з милом або іншими миючими засобами, а потім ополіскують водою, а вже після цього обробляють хромовою сумішшю або іншим окисником.

Пропарювання. Обробка посуду гарячою парою дозволяє добитися дуже високого ступеня чистоти посуду. Ця операція досить тривала (біля одної години). Пропарювання використовують при проведенні особливо точних робіт, коли навіть найменша кількість забруднень шкідлива.

Хімічні методи очищення хімічного посуду

Хімічний спосіб миття – це використання таких миючих засобів, які вступають у реакцію з речовиною, що забруднила посуд. Наприклад, посуд забруднений: 1) нерозчинними у воді карбонатами і основами миють 2%-им розчином хлоридної кислоти; 2) з домішками фенолу – розчином їдкого натру; 3) краплями аніліну, - розчином хлоридної кислоти; 4) манган (IV) оксидом, - кислим розчином ферум (II) сульфатом, розчином щавлевої кислоти; 5) Ферум (II) Сульфідом, - хромовою сумішшю.

Миття хромовою сумішшю. Хромовою суміш відноситься до найбільш ефективних миючих засобів. Її дія заснована на окисненні забруднень з утворенням розчинних сполук. Існує багато рецептів приготування хромової суміші. При цьому необхідно надавати перевагу натрієвим солям хроматної та дихроматної кислот, тому що вони краще розчинні у воді в порівнянні з калієвими солями цих кислот.

Хромову суміш бажано використовувати злегка підігрітою (до $45\div 50^\circ\text{C}$), тоді вона діє сильніше. Хромову суміш необхідно зберігати в широкому товстостінному посуді, який герметично закривають, щоб не виділявся їдкий і леткий CrO_3 , а також не поглиналася волога з повітря. Обробку посуду хромовою сумішшю необхідно проводити

під витяжкою в захисних окулярах, рукавичках, в халаті і гумовому фартуху. При роботі з хромовою сумішшю (та іншими сильними окисниками) необхідно слідкувати, щоб в неї не попадали речовини, які легко окиснюються (метиловий та етиловий спирт), бо це призведе до втрати окисних властивостей суміші. При появі зеленого забарвлення (забарвлення іонів хрому III) хромово суміш не годиться для подальшого використання.

Особливу увагу необхідно звернути щодо миття піпеток і трубок. Не можна затягувати хромову суміш в піпетку ротом. Це може викликати опіки слизових оболонок рота і псування зубів. Хромову суміш необхідно набирати в піпетку за допомогою гумової груші. До груші під'єднують гумову трубку, кінець якої надівають на піпетку. Набирають в піпетку хромову суміш і притримують в ній 1-2хв. потім випускають. Так повторюють декілька раз, потім миють піпетку як звичайно.

Піпетки, довгі трубки зручно також мити хромовою сумішшю в товстостінному циліндрі такої висоти, щоб трубки могли бути занурені більше як на половину. В циліндр поміщають трубки, які підлягають миттю, і заливають їх доверху хромовою сумішшю. Через деякий час трубки виймають з циліндра, дають стекти хромовій суміші, перевертають трубки іншим кінцем і знов ставлять в циліндр. Потім трубки витягують з циліндра і миють спочатку водопровідною водою а потім дистильованою водою.

Рецепти приготування хромової суміші:

- До розчину 92г подрібненого хромату натрію (Na_2CrO_4) в 458мл води при безперервному перемішуванні поступово додають 800мл концентрованої сульфатної кислоти. Одержану червоно – коричневу рідину можна використовувати багаторазово.
- До 100мл концентрованої сульфатної кислоти при енергійному перемішуванні поступово додають 9,9г дрібнодисперсного дихромату калію.
- До 100мл концентрованої сульфатної кислоти при енергійному перемішуванні поступово добавляють 10г 50% водного розчину дихромату натрію.
- Розчиняють 15г тонкоподрібненого дихромату калію в 100мл гарячої води. Розчин охолоджують і при безперервному перемішуванні по краплях додають до 100мл концентрованої сульфатної кислоти.

- Розчиняють 200г тонкоподрібненого дихромату калію в 1л концентрованої нітратної кислоти. Азотнокисла хромова суміш більш стійка, ніж звичайна, а за миючими властивостями краща за звичайну.

Миття розчином перманганату калію. 4% розчин перманганату калію готують завчасно, зберігають в посуді з темного скла. Для очищення скляного посуду необхідно певну кількість цього розчину налити в посуд, який очищують, і додати тоненькою цівкою концентровану сульфатну кислоту, що викликає розігрівання і забезпечує добре очищення. На 100мл перманганату калію (KMnO_4) беруть близько 3÷5мл сульфатної кислоти. Забороняється брати хлоридну кислоту замість сульфатної, оскільки вона окиснюється перманганатом калію з утворенням вільного хлору. Іноколи перманганат калію залишає бурий наліт на стінках посуду, який видаляють слабким розчином щавлевої або лимонної кислоти. Після цього посуд миють водопровідною водою, а потім дистильованою водою.

Відпрацьований підкислений розчин перманганату калію виливають, повторно не використовують.

Миття сумішшю Комаровського. Ця суміш складається з рівних об'ємів 6Н розчину хлоридної кислоти і 5÷6% розчину пероксиду гідрогену. Суміш діє ефективно особливо при невеликому нагріванні, не діє на скло. Після миття суміш можна використовувати повторно.

Сушіння хімічного посуду

Розрізняють наступні методи сушіння: а) холодне сушіння; б) гаряче сушіння.

Для холодного сушіння використовують: дошку з кілками, яку розміщують над раковиною для миття посуду; решітку для сушіння посуду; стіл для сушіння, в кришці якого прорізані круглі отвори різного діаметру; струмінь холодного повітря, ефір або спирт.

Для гарячого сушіння використовують електричні повітродувки, електроплитки, «холодне полум'я» газового пальника (мірний посуд над газовим пальником сушити не можна), сушильні шафи.

В сушильну шафу ставлять посуд після холодного сушіння. Сушіння проводять при 80÷100°C. На полку шафи необхідно покласти клаптик фільтрувального паперу. Посуд при висушуванні в сушильній шафі не треба ставити вверх дном, тому що це уповільнює видалення вологи. Після сушіння в сушильній шафі посуд повинен остигнути, а потім можна брати його в роботу.

Правила поведінки при очищенні та сушінні хімічного посуду:

1. Вибираючи спосіб очищення миття, насамперед треба врахувати, якою речовиною забруднений посуд.
2. При митті різними розчинниками необхідно економно їх витрачати. Необхідно також пам'ятати про вогнебезпечність останніх.
3. Осади і розчини цінних речовин (йод, срібло, ртуть та ін.) при підготовці до миття не можна викидати, їх необхідно зібрати в окремий посуд.
4. Концентровані розчини кислот і лугів, речовини, які погано пахнуть, хромову суміш не можна виливати в раковину. Їх необхідно зібрати в спеціально відведений посуд.
5. Посуд завжди повинен бути ретельно вимитий. Після любого виду очищення необхідно сполоснути посуд дистильованою водою.
6. При митті посуду необхідно дотримуватися правил техніки безпеки і санітарії.
7. При сушінні посуду необхідно слідкувати, щоб він не забруднювався.

Практична частина

Дослід I. Приготування хромової суміші, миття забрудненого посуду хромовою сумішшю, сушіння посуду.

1. У фарфоровій ступці розітріть дихромат калію. За допомогою технохімічної ваги на годинниковому склі відважте 15г дрібнодисперсного $K_2Cr_2O_7$ і розчиніть в 100мл гарячої води в плоскодонній колбі або колбі Ерленмейєра. Колбу з розчином охолодіть в кристалізаторі з холодною водою і при безперервному перемішуванні скляною паличкою в колбу обережно по краплях додавайте 100мл концентрованої сульфатної кислоти ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$).
2. Відлийте 40–50мл хромової суміші в склянку і підігрійте її до $30\div 40^\circ\text{C}$. Решту суміші злийте в широкогорлий посуд для зберігання.
3. Забруднений посуд сполосніть попередньо водою.
4. Налийте до $\frac{1}{3}\div\frac{1}{4}$ об'єму забрудненого скляного посуду хромової суміші. Повільно і обережно повертаючи посуд, змочіть внутрішні стінки його, а особливо найбільш

забруднені місця. Після цього хромову сумішню вилийте назад в той самий посуд, в якому він буде зберігатися.

5. Зливши всю рідину, залишіть посуд з залишками хромової суміші ще на декілька хвилин, помийте його спочатку водопровідною водою (краще теплою), а потім дистильованою водою.
6. Покладіть помитий посуд в сушильну шафу на клаптик чистого фільтрувального паперу і просушіть його при температурі 100-120°C.

Дослід II. Приготування азотнокислої хромової суміші, миття та сушіння посуду.

1. Розітріть пестиком у фарфоровій ступці $K_2Cr_2O_7$. Відважте 100г дрібнодисперсного $K_2Cr_2O_7$ і розчиніть його в 0,5л концентрованої HNO_3 .
2. Виконайте аналогічні операції як в досліді I (пп. 2÷ 6).